

## (19) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**



(f) Int. CI.<sup>7</sup>: B 01 J 10/02

B 01 J 8/00



**DEUTSCHES PATENT- UND MARKENAMT**  (21) Aktenzeichen: 100 36 602.3 (2) Anmeldetag: 27. 7.2000 (43) Offenlegungstag: 14. 2.2002

(1) Anmelder:

CPC Cellular Process Chemistry Systems GmbH, 55131 Mainz, DE

(72) Erfinder:

Golbig, Klaus, Dr., 63477 Maintal, DE; Dittmann, Bernd, 65843 Sulzbach, DE; Schuppich, Harald, 61137 Schöneck, DE

66 Entgegenhaltungen:

DE-OS 16 67 241 DD 2 46 257 A1 US 58 11 062 A ΕP 06 88 242 B1 08 70 541 A2

#### Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (5) Mikroreaktor für Reaktionen zwischen Gasen und Flüssigkeiten
- **(1)** Die Erfindung betrifft einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem Reaktionspartner in gasförmiger Form gegebenenfalls in Gegenwart eines festen Katalysators, wobei die chemische Prozessführung in Räumen stattfindet, die von zwei oder mehreren im Wesentlichen planparallelen Platten oder Schichten gebildet werden, wobei mindestens eine dieser Platten oder Schichten eine Fluidführungsplatte (1) darstellt, die so strukturiert und/oder angeordnet ist, dass der fluide Reaktionspartner nur aufgrund des Einflusses der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften in mindestens einem im Wesentlichen ununterbrochenen Kapillarfaden entlang der Oberfläche dieser Platte oder Schicht fließt und dabei mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt tritt und reagiert.



#### Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem Reaktionspartner in gasförmiger Form.

[0002] Ein solcher Mikroreaktor stellt ein miniaturisiertes Reaktionssystem für die Verfahrenstechnik und die chemische Prozesstechnik dar. Mikroreaktoren sind zum Beispiel aus der EP 0 688 242 und der US 5,811,062 bekannt. Diese Mikroreaktoren werden aus einer Vielzahl von aufeinandergestapelten und miteinander verbundenen Plättchen aufgebaut, auf deren Oberflächen sich mikromechanisch erzeugte Strukturen befinden, die in ihrem Zusammenwirken horizontale Reaktionsräume bilden, um jeweils erwünschte chemische Reaktionen auszuführen.

[0003] Solche Mikroreaktoren sind jedoch für die Durchführung von Reaktionen zwischen gasförmigen und flüssigen Reaktanten ungeeignet, da sich die Reaktionspartner in den horizontalen Reaktionsräumen nicht genügend Durchmischen können.

[0004] In der deutschen Patentanmeldung DE 41 28 827 wird ein Verfahren zur katalysierten Alkoxylierung von Fettderivaten in einem Fallfilmreaktor beansprucht. Die Reaktionswärme wird über die Rohrinnenwand und die Gasphase abgeführt. Der Fallfilmreaktor besteht aus einem Bündel senkrechter Rohre, an deren Innenseite ein ununterbrochener Flüssigkeitsfilm aus Reaktanten und Produkt unter dem Einfluss der Schwerkraft hinabfließt. Der Außendurchmesser der Rohre liegt bei 28–65 cm, die Länge beträgt bis zu 6 m. Ein typischer Makro-Flüssigkeitsfallfilm (33 kg/h Laurylalkohol, 180°C) hat eine Dicke von etwa 300 µm.

[0005] Dicke Fallfilme, wie in der DE 41 28 827 beschrieben, weisen folgende Nachteile auf:

20

25

- Eine breite Verweilzeitverteilung bewirkt eine undefinierte Reaktionszeit, was wiederum zu Über- und Unterreaktion sowie Nicht-Umsetzung, d. h. Verbleib von Edukten im Reaktionsgemisch, führt.
- Eine lange Reaktionszeit, wenn die chemische Reaktion diffusionskontrolliert ist.
- Schlechte Temperaturkontrolle führt zum Ablauf alternativer Reaktionspfade und somit zu der Entstehung von unerwünschten Nebenprodukten.

[0006] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Reaktorsystem zu schaffen, welches die oben angeführten Nachteile eines herkömmlichen Fallrohrreaktors vermeidet.

[0007] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht somit in der Bereitstellung eines Reaktors zur Durchführung einer kontinuierlichen chemischen Reaktion zwischen einer Flüssigkeit und einem Gas, bei der die Reaktionsgeschwindigkeit sowie die Selektivität der Umsetzung durch bessere Kontrolle von Reaktionsparametern wie Filmdicke, Reaktions-/Kontaktzeit und Temperatur erhöht werden. Der erfindungsgemäße Mikroreaktor soll eine exakte Temperaturführung der Reaktionsprozesse ermöglichen, eine rasche Durchmischung der Reaktanten gewährleisten und durch ein geringes inneres Volumen das Gefahrenpotential von stark exothermen oder explosiblen Reaktionen reduzieren. Der Mikroreaktor soll ferner preiswert herstellbar sein, um gegebenenfalls im Einwegsystem verwendet zu werden. Die unterschiedlichen Elemente des Mikroreaktors sollen je nach Bedarf kombiniert werden können. Insbesondere soll die freie Skalierbarkeit der umgesetzten Stoffmenge durch eine interne Parallelisierung, also dadurch erreicht werden können, dass beliebig viele identische Module zu einem gemeinsamen Reaktorblock kombiniert werden. Die verschiedenen Bauteile sollen lösbar oder unlösbar miteinander verbunden werden können.

[0008] Die gestellte Aufgabe wird aufgrund der Merkmale des Anspruchs 1 gelöst und durch die weiteren Merkmale der Unteransprüche ausgestaltet und weiterentwickelt.

[0009] Die Erfindung betrifft somit einen Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem Reaktionspartner in gasförmiger Form, gegebenenfalls in Gegenwart eines festen Katalysators, wobei die chemische Prozessführung in Räumen stattfindet, die von zwei oder mehreren im wesentlichen planparallelen Platten oder Schichten gebildet werden, wobei mindestens eine dieser Platten oder Schichten eine Fluidführungsplatte (1) darstellt, die so strukturiert und/oder angeordnet ist, dass der fluide Reaktionspartner nur aufgrund des Einflusses der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften in mindestens einem im wesentlichen ununterbrochenen Kapillarfaden entlang der Oberfläche dieser Platte oder Schicht fliesst und dabei mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt tritt und reagiert.

50 [0010] Vorzugsweise ist die Fluidführungsplatte im wesentlichen senkrecht zur Horizontalen angeordnet.

[0011] Der Begriff "fluide Form" umfasst sowohl Reaktanten, die selbst in einem flüssigem Aggregatszustand vorkommen, als auch Reaktanten, die in einem Gemisch mit einem fluiden Verdünnungsmittel eingesetzt werden. Der Begriff "Gemisch mit einem Verdünnungsmittel" umfasst Lösungen, Suspensionen und Emulsionen. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird der fluide Reaktionspartner in Form einer Lösung oder Suspension eingesetzt.

is [0012] Der Begriff "Reaktionspartner" umfasst Reinstoffe oder Gemische, welche die Edukte, d. h. Reaktanten enthal-

[0013] Die Formgebung des erfindungsgemäßen Mikroreaktors ist an sich unkritisch. Die einzelnen Platten oder Schichten können in jeder geeigneten geometrischen Form vorliegen. Vorzugsweise sind sie quadratisch oder rechteckig. [0014] Wesentlich für den erfindungsgemäßen Mikroreaktor sind die Dimensionen der mikrostrukturierten Bereiche, in denen der fluide Reaktionspartner mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt gebracht wird.

[0015] Die Dimensionen der Strukturen auf der Oberfläche der Fluidführungsplatte (1) müssen so gewählt werden, dass der fluide Reaktionspartner sie problemlos aufgrund der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften passieren kann. [0016] Andererseits müssen die Strukturen klein genug sein, um die immanenten Vorteile der Mikroreaktionstechnik, nämlich hervorragende Wärmekontrolle, laminare Strömung, diffusives Mischen und geringes internes Volumen, auszunutzen. Daher sind die Strukturen in einer Dimension kleiner als 1000 µm, vorzugsweise kleiner als 800 µm, insbesondere kleiner als 600 µm.

[0017] Weiterhin kann die Dimension, insbesondere die Länge und Anordnung der Fluidführungsplatte (1) an die jeweiligen Reaktionsbedingungen, wie Reaktionsgeschwindigkeit, Viskosität des fluiden Reaktionspartners usw. ange-



passt werden.

[0018] Bei der chemischen Prozessführung müssen diverse Parameter beachtet werden. Deshalb ist der Einbau von Sensoren in den Mikroreaktor vorgesehen, insbesondere zur Erfassung der Temperatur, des Drucks, gegebenenfalls der Strömungsgeschwindigkeit und des Volumenstroms. Die Sensoren sind mit Regelkreisen verbunden, um gegebenenfalls den Betriebsablauf zu steuern und zu regeln.

[0019] Die Erfindung wird anhand von Zeichnungen beschrieben. Dabei zeigen:

[0020] Fig. 1 eine Fluidführungsplatte (1) in schematischer Darstellung, sowie eine Ausschnittsvergrößerung derselben.

[0021] Fig. 2 einen erfindungsgemäßen Mikroreaktor bestehend aus fünf strukturierten Platten mit Zu- und Ableitungen.

[0022] Fig. 3 einen Querschnitt durch eine Anordnung von drei parallel geschalteten, erfindungsgemäßen Mikroreaktoren.

[0023] Fig. 4 den Aufbau einer Fluidführungsplatte (1) aus zwei Elementen, einem rostförmigen Element (41) und einem unstrukturierten Element (42) in schematischer Darstellung.

[0024] Zentrales Bauteil des Mikroreaktors ist eine Fluidführungsplatte (1, Fig. 1). Die Platte hält die reagierende Flüssigkeit in speziellen Kapillarrillen unter Ausnutzung von Kapillarkräften an ihrer Oberfläche. Sie hat eine Stärke (1a) von 120 µm bis 4000 µm, vorzugsweise von 200 µm bis 2000 µm. Sie enthält offene Kapillarrillen, in welchen Flüssigkeitsfäden erzeugt werden. Diese Kapillarrillen haben eine Breite (1b) von 20 µm bis 2000 µm, vorzugsweise 50 µm bis 1500 µm, insbesondere 100 µm bis 300 µm und eine Tiefe (1c) von 20 µm bis 500 µm, vorzugsweise von 50 µm bis 300 µm, insbesondere 60 µm bis 150 µm. Die Stege (1d) zwischen zwei benachbarten Kapillarrillen haben eine Breite von 5 µm bis 250 µm, vorzugsweise von 20 µm bis 150 µm, insbesondere 30 µm bis 100 µm. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Prozess zur Herstellung einer strukturierten Fluidführungsplatte (1) für einen erfindungsgemäßen Mikroreaktor.

[0025] Die Strukturierung kann durch Ätzen, Laser- und Wasserstrahlschneiden und -bohren, Stanzen und Prägen, Fräsen, Hobeln, Mikrofunkenerosion, Tiefziehen, Stanzen und Bohren, Spritzguss und Sintern sowie ein LIGA-Verfahren und mit Kombinationen derselben erfolgen.

[0026] In einem weiteren, erfindungsgemäßen Prozess bringt man eine rostförmige Platte (41) auf eine zweite, unstrukturierte Platte (42) auf (Fig. 4), und beschichtet den Verbund gegebenenfalls mit einem katalytisch wirksamen Material.

[0027] Weiterhin Gegenstand der Erfindung ist somit eine Fluidführungsplatte (1) mit einer Wandstärke von 120 µm bis 4000 µm, vorzugsweise 200 µm bis 2000 µm für einen erfindungsgemäßen Mikroreaktor, im wesentlichen bestehend aus zwei planparallelen, aufeinander befestigten Elementen, wobei

(a) das erste Element (41) eine Wandstärke von 20  $\mu$ m bis 500  $\mu$ m, vorzugsweise von 50  $\mu$ m bis 300  $\mu$ m, insbesondere 60  $\mu$ m bis 150  $\mu$ m, und eine rostförmige Struktur mit mehreren parallel angeordneten Stegen, die sich zwischen zwei orthogonal dazu angeordneten Stegen mit gleicher Wandstärke erstrecken, aufweist, wobei die Durchbrechungen zwischen den parallel angeordneten Stegen eine Breite von 20  $\mu$ m bis 2000  $\mu$ m, vorzugsweise 100  $\mu$ m bis 250  $\mu$ m, insbesondere 150  $\mu$ m bis 200  $\mu$ m und die parallel angeordneten Stege eine Breite von 5  $\mu$ m bis 250  $\mu$ m, vorzugsweise von 20  $\mu$ m bis 150  $\mu$ m, insbesondere 30  $\mu$ m bis 100  $\mu$ m aufweisen.

(b) das zweite Element (42) eine unstrukturierte, ebene Platte von gleicher Länge und Breite wie das erste Element (41) ist und eine Stärke von 20 µm bis 3980 µm aufweist.

[0028] Die Fluidführungsplatte (1) weist in der Regel eine Länge von 2 bis 50 cm, vorzugsweise 4 bis 40 cm, insbesondere 5 bis 25 cm und eine Breite von 5 bis 25 cm, vorzugsweise 6 bis 20, insbesondere 7 bis 15 cm auf.

[0029] Im in Fig. 2 dargestellten Ausführungsbeispiel sei angenommen, dass der erfindungsgemäße Mikroreaktor aus fünf strukturierten Platten, einer Bodenplatte (22), einer Zwischenplatte (6), und einer Deckelplatte (12) sowie zwei Fluidführungsplatten (1) besteht. Die beiden Fluidführungsplatten (1) sind jeweils zwischen zwei dieser Platten angebracht und werden auf ihrer Rückseite zum Beispiel durch O-Ringe gedichtet. Die Zuführungsleitungen (2), (8) und (15) werden ebenfalls vorzugsweise durch O-Ringe gedichtet.

[0030] Nicht dargestellt sind Führungsstifte und Schrauben, welche die Platten dichtend zusammenpressen.

[0031] Die Fluidführungsplatte (1) liegt auf einer Zwischenplatte (6) bzw. der Bodenplatte (22) auf, durch die der fluide Reaktionspartner dem Reaktor über die Zuleitung zugeführt wird. Diese ist an eine Bohrung (3) angeschlossen, die in den Verteilungskanal (4) mündet, welcher eine Strömungsgleichverteilung gewährleistet. Zwischen dem Verteilungskanal (4) bzw. dem Flüssigkeitssammelkanal (7) und der Reaktionskammer (5) ist eine Strömungsengstelle vorgesehen. Solch eine Engstelle kann z. B. dadurch erreicht werden, dass die mikrostrukturierte Fluidführungsplatte (1) gegen die Zwischenplatte (6) gepresst wird und die hierbei entstehenden Mikrokanäle den Fluss des fluiden Reaktionspartners drosseln. Nachdem die Flüssigkeit diese Engstelle passiert hat, kommt sie in Kontakt mit dem gasförmigen Reaktionspartner. Dieser Kontakt besteht so lange, wie der fluide Reaktionspartner in den Mikrokapillarrillen des Fluidführungsplatte (1) hinabläuft.

[0032] Der gasförmige Reaktionspartner strömt in analoger Weise über die Gasführungsleitung (8) und die abzweigende Bohrung (9) in den Gasverteilungskanal (10). Diese Bohrungen sind an der Gehäuseaußenwand mittels Schrauben (14) verschliessbar. Der Strömungsweg des Gases ist mit Engstellen (11) versehen, die von der Fluidführungsplatte (1) und einer Zwischenplatte (6) und/oder der Deckelplatte (12) gebildet werden.

[0033] Da der Gasvolumenstrom denjenigen der Flüssigkeit um mehrere Größenordnungen übersteigen kann, ist die Reaktionskammer (5) mit einer entsprechend größeren Weite ausgeführt als die Mikrokanäle auf der Fluidführungsplatte (1). Dies könnte sich auf den Stoffaustausch in der Gasphase ungünstig auswirken. Daher wird die Reaktionskammer (5) vorzugsweise mit Rampen (13), welche insbesondere versetzt zueinander angeordnet sind, ausgerüstet, die den Stoffaustausch verbessern.

[0034] Die Aufgabe und Verteilung der Flüssigkeit sowie des Gases erfolgt über horzontale Verteilerkanäle und kann von der gleichen Seite oder von der gegenüberliegenden Seite des Reaktors erfolgen. Die flüssigen sowie gasförmigen Bestandteile des Reaktionsgemisches können über horizontale Kanäle gemeinsam oder voneinander getrennt abgeführt werden.

- [0035] Wird unter Druck gearbeitet, dienen die Stege (18) dazu, eine Durchbiegung des Reaktionsbleches 1 zu verhindern. So können Drücke von 10<sup>-3</sup> bar bis 300 bar, vorzugsweise 1 bis 10 bar aufgebracht werden.
  - [0036] Durch kombiniertes Heizen und Evakuieren können leichtsiedende Bestandteile der Reaktionsmischung durch Verdampfung aus der flüssigen Phase entfernt und mit der Gasphase abgeführt werden.
- [0037] Über Sensoren kann eine Kontrolle der Reaktionsbedingungen (Fadendicke, Konzentration, Temperatur, pH-Werte, Flussraten) erfolgen.
- [0038] Von der Hauptzuführungsleitung (2) fließt das flüssige Reaktionsgemisch durch Abzweige (3) den einzelnen Reaktoreinheiten zu. Eine gleichmäßige Verteilung der Strömung über die ganze Breite der Fluidführungsplatte (1) kann auf mehrere Arten erreicht werden:
- a) Wie in Fig. 2 dargestellt, mittels eines Verteilungskanals mit einer Engstelle stromabwärts. Diese Engstelle kann gebildet werden von:

20

25

45

- i. einem schmalen Spalt zwischen der mikrostrukturierten Fluidführungsplatte (1) und einem Gegenstück mit einer flachen Stirnfläche, die gegen den mikrostrukturierte Bereich (1) gedrückt wird, wobei kleine Kanäle mit einem definierten Druckverlust entstehen.
- ii. einem schmalen Spalt zwischen einem ebenen Bereich der Fluidführungsplatte (1) und einem Gegenstück mit einer mikrostrukturierten Stirnfläche, die ebenfalls gegen die Fluidführungsplatte (1) gedrückt wird, um kleine Kanäle mit einem definierten Druckverlust zu formen.
  - iii. einem porösen Strömungswiderstand, der zwischen dem Verteilungskanal (4) und der Reaktionskammer (5) angeordnet ist.
- b) Mittels eines Strömungsgleichverteilungsnetzwerkes anstatt des Verteilungskanals, vorzugsweise als Bifurkationsnetzwerk ausgeführt.
  - c) durch einen Satz von Düsen, die den flüssigen Reaktanten gegen die Fluidführungsplatte (1) sprühen und so die Flüssigkeit gleichmäßig verteilen.
- 30 [0039] Am unteren Ende des Kapillarfadens wird vorzugsweise eine weitere Druckverlustbarriere angebracht, um auch für die Flüssigkeitsabfuhr eine gleichmäßige Strömung sicherzustellen. Diese vermeidet, dass die Reaktionskammer (5) geflutet wird und stellt eine gleichmäßige Verweilzeitverteilung der Flüssigkeit im erfindungsgemäßen Mikroreaktor sicher.
  - [0040] Die Druckverlustbarrieren erfüllen noch eine weitere Funktion. Sie stellen gleichzeitig sicher, dass der Kontakt zwischen Flüssigkeit und Gas sich nur auf den temperierten Bereich erstreckt.
  - [0041] Das Reaktionsgas tritt in die Reaktoreinheit über die Bohrung (9) ein, die von der Reaktionsgaszuführung (8) abzweigt. Von dort strömt das Gas in den Gasverteilungskanal (10), der zusammen mit der Engstelle (11) für eine Gleichverteilung über die Breite der Fluidführungsplatte (1) sorgt. Die Engstelle (11) bewirkt einen höheren Druckverlust als der Gasverteilungskanal (10), so dass das Gas überall mit demselben Betrag pro Längeneinheit abfließt. Alternativ können zur Erzeugung einer gasseitigen Strömungsgleichverteilung auch folgende Möglichkeiten realisiert werden:
    - a. schmale Engstellen zwischen dem Gasverteilungskanal (10) und der Reaktionskammer (5);
    - b. ein poröses bzw. sonst wie gasdurchlässiges Material anstatt diskreter Öffnungen;
    - c. ein Bifurkationsnetzwerk anstatt der Kombination von Gasverteilungskanal und Strömungswiderstand zur Reaktionskammer hin.
  - [0042] Vorzugsweise wird ein weiterer Gleichverteilungssammler am unterem Austritt aus der Reaktionskammer (5) angebracht, um ein gleichverteiltes, homogenes Strömungsfeld im unteren Teil der Reaktionskammer (5) zu gewährleisten.
- [0043] Es ist vorteilhaft, wenn die Flüssig- und die Gasphase separat abgeführt werden. Werden jedoch extrem kurze Verweilzeiten der Flüssigphase angestrebt, kann eine gemeinsame Abführung beider Phasen erfolgen.
- [0044] Um im Fall eines geforderten Mindestumsatzes einen ausreichenden Stoffaustausch in der Gasphase sicherzustellen, sollte die Verweilzeit des Reaktionsgases in der Reaktionskammer genügend lang sein. Dies hat zur Folge, dass die Weite des Gasraumes bis zu 10 mm betragen kann. In solch weiten Kanälen ist die Diffusion allein erfahrungsgemäß
- 55 nicht stark genug, um jedem Reaktantenmolekül einen Kontakt der Flüssigphase zu ermöglichen. Um den Stoffaustausch zu intensivieren, sind spezielle Rampen (13) auf der Fluidführungsplatte (1) gegenüberliegenden Seite der Reaktionskammer (5) angebracht. Sie bewirken, dass die wandnahe Strömungsgrenzschicht von der Wand weg in Richtung Mikrokapillarblech gelenkt wird. Um diesen Effekt noch zu verstärken, sind sie in der Regel versetzt zueinander angeordnet. [0045] Flüssigkeitsseitig beeinflussen die Kapillarfadendicke und die Mikrostrukturierung der Fluidführungsplatte (1)
- den Stoffaustausch wesentlich. Die mittlere Kapillarfadendicke stellt sich entsprechend der Flüssigkeitsbelastung und den Flüssigkeitseigenschaften (wie Dichte, Viskosität etc.) ein. Je höher der gewählte Durchsatz, desto größer die Fadendicke und damit auch der Weg, den die Reaktanten in der Flüssigkeit diffusiv zurücklegen müssen.
- [0046] Die Fluidführungsplatte (1) kann auf ihrer Rückseite gekühlt bzw. beheizt werden, wobei ein flüssiges oder gasförmiges Wärmeträgermedium in Kanälen von 0,5 bis 2 mm Weite strömt. Die Versorgung mit dem Wärmeträger geschieht über eine Zuführungsleitung (15) und Bohrungen (16), die zu den einzelnen Reaktionsplatten (1) abzweigen. Die Abfuhr des Wärmeträgermediums geschieht über den Wärmeträgersammelkanal (19), Bohrungen (20) und die Auslassleitung (21). Das Zusammenspiel von Wärmeträgerverteilungskanal (17) mit den Wärmeübertragungskanälen (23) bewirkt eine gute Strömungsgleichverteilung des Wärmeträgermediums, insbesondere wenn die Zuführungsleitung (15)

und die Auslassleitung (21) diagonal in der Zwischenplatte (6) angeordnet sind, was aus Gründen der Übersichtlichkeit in Fig. 2 nicht dargestellt wurde.

[0047] Eine Temperierung der Reaktionsschicht ist von der Rückseite her durch flüssige oder gasförmige Medien in einem Temperaturbereich von -80°C bis +500°C, vorzugsweise von -60°C bis +300°C, möglich. Alternativ zur Temperierung der Fluidführungsplatte mit fluiden Temperiermedien kann auch ein Festkörper, z. B. ein elektrisch beheizter Block oder ein Peltierelement, als Temperierelement verwendet werden.

[0048] Durch interne Parallelisierung, d. h. die Hinterschaltung von mehreren Einzelreaktoren in einem Reaktionsblock, kann die umgesetzte Menge bis in den technisch relevanten Bereich gesteigert werden. Bereits durch Kombination von einer Bodenplatte (22) mit einer Fluidführungsplatte (1) und einer Deckelplatte (12) entsteht ein Reaktor. Durch Hinzufügen einer Zwischenplatte (6) und einer weiteren Fluidführungsplatte (1) entsteht ein zusätzliches Reaktormodul. In Fig. 3 ist die Parallelisierung von drei Mikrokapillarreaktoren gezeigt. Die flüssigen und gasförmigen Reaktanten werden jeweils über eine gemeinsame Zuleitung zugeführt und gleichmäßig auf die einzelnen Reaktionseinheiten verteilt. Auch die Abfuhr der gesammelten flüssigen bzw. gasförmigen Phasen läuft über eine gemeinsame Leitung. Dadurch entsteht ein modulares Reaktionssystem mit einer frei skalierbaren Anzahl von Zwischenplatten (6) und Fluidführungsplat-

[0049] Die einzelnen Platten oder Schichten können durch Schraubverbindungen oder Klammerpressen zusammengehalten werden, wenn es um eine lösbare Verbindung geht. Man kann auch Schweißen, Bonden, Kleben, Löten oder Nieten anwenden, wenn ein solches Reaktionssystem nach dem Zusammenbau nicht mehr verändert werden soll.

[0050] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Prozess zur Herstellung eines erfindungsgemäßen Mikroreaktors zur Durchführung chemischer Reaktionen, welcher folgende Schritte umfasst:

(a) Herstellen von Platten oder Schichten, deren Oberflächen Mikro- und/oder Feinwerk-technisch so bearbeitet werden, dass sie in Kombination mit einer weiteren Platte oder Schicht Reaktions- und/oder Funktionsräume aus-

- (b) Herstellung einer oder mehrerer Fluidführungsplatten (1);
- (c) Stapeln der einzelnen Platten oder Schichten in geeigneter Reihenfolge und Orientierung; und
- (d) dichtendes Anpressen oder festes oder wieder lösbares Verbinden der einzelnen Platten oder Schichten.

[0051] Die Strukturierung bei den Schritten (a) und/oder (b) kann durch Ätzen, Laser- und Wasserstrahlschneiden und -bohren, Stanzen und Prägen, Fräsen, Hobeln, Mikrofunkenerosion, Tiefziehen, Stanzen und Bohren, Spritzguss und Sintern sowie ein LIGA-Verfahren und mit Kombinationen derselben erfolgen.

[0052] Da die Fertigung von Mikrostrukturen ist in der Regel ein teurer und aufwendiger Prozess ist, erfolgt die Fertigung der Fluidführungsplatten (1) bei Schritt (b) vorzugsweise aus zwei Elementen. Auf einer ersten Platte (41) werden Durchbrüche statt Kerbungen erzeugt, so dass ein Rost entsteht. Dieses wird auf eine zweite, nicht strukturierte Platte (42) aufgebracht. Die beiden Elemente können aus dem selben oder aus unterschiedlichen Materialien gefertigt sein.

[0053] Die Lagen müssen derart übereinander gestapelt sein, dass zum einen die Fluidführungen und Trennwände vollständig erhalten bleiben. Zum anderen muss eine völlig flüssigkeits- und gasdichte Verbindung zwischen den einzelnen Lagen erfolgen.

[0054] Die Werkstoffe, aus denen die Platten bestehen, richten sich in erster Linie nach den zu verarbeitenden Stoffen und chemischen Prozessen. Allgemein kommen die für die Chemie tauglichen Werkstoffe Metall, Glas, Keramik, Kunststoff und Halbleiterbaustoffe sowie Kombinationen dieser Werkstoffe in Betracht, Vorzugsweise werden folgende Materialien verwendet: Graphit, Keramik, Kunststoffe, katalytisch aktive Materialien, Edelstahl oder Tantal. Kombinationen verschiedener Materialien sind möglich.

[0055] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Mikroreaktors bilden katalytisch aktive Metalle das Material der Fluidführungsplatte (1) oder werden auf dieses aufgebracht, z. B. durch Aufdampfen oder Beschichten. Für katalysierte Gas-Flüssig-Reaktionen ist der enge Kontakt zwischen Gas, Flüssigkeit und Katalysator (= Metalloberfläche) besonders wichtig. Bei der erfindungsgemäßen Apparatur ist dieser enge Kontakt durch äußerst dünne Flüssigkeitsschichten gegeben.

[0056] Ist eine längere Verweilzeit der Flüssigkeit auf dem Reaktionsblech erwünscht, kann dieses in einem Winkel von ≥ 0°, vorzugsweise von 45° bis 90°, insbesondere 60° bis 90°, meist bevorzugt bei etwa 90° zur Horizontalen aufgestellt werden.

[0057] Insgesamt wird mit der Erfindung ein modular aufgebautes, miniaturisiertes Reaktionssystem zur Verfügung gestellt, das aufgrund seiner Mikrostruktur zur Durchführung von Reaktionen geeignet ist, bei denen mindestens ein fluider Reaktionspartner mit mindestens einem gasförmigen Reaktionspartner umgesetzt wird und das durch Implementierung einer variablen Anzahl von Zwischenplatten (6) und Fluidführungsplatten (1) eine freie Skalierbarkeit der Menge erlaubt.

[0058] Das erfindungsgemäße Mikroreaktorsystem weist eine Reihe Vorteile auf, die für die Durchführung solcher Reaktionen von großer Bedeutung sind und bei herkömmlichen Mikroreaktoren oder Fallrohrreaktoren nicht angetroffen werden:

a. Die in den erfindungsgemäßen Mikroreaktoren realisierbaren dünnen Schichtdicken verbessern die diffusive Vermischung über den Flüssigschicht-Querschnitt.

- i. Ein verbesserter flüssigkeitsseitiger Stoffaustausch bei vergleichbarer Verweilzeit bewirkt die Beschleunigung schneller, diffusionskontrollierter Reaktionen.
- ii. Die Reaktionsflüssigkeit weist eine engere Verweilzeitverteilung auf. Dadurch können die Reaktionsbedingungen weitaus exakter kontrolliert und damit schneller optimiert werden.
- iii. Durch die Verkürzung der Verweilzeit entstehen bei gleichbleibendem Umsatz weniger Nebenprodukte, b. Durch sehr dünne Kapillarfäden wird eine effektivere Temperierung und damit eine verbesserte Kontrolle der

5

15

25

20



Temperatur gewanneistet.

- i. Dadurch Eignung auch für hoch exotherme Reaktionen und damit Möglichkeit der Durchführung ansonsten sehr gefährlicher Reaktionen (z. B. direkte Halogenierungen), zumindest aber der Minimierung des Gefährdungspotentials.
- ii. Das Entstehen störender Nebenprodukte wird reduziert.
- c. In die Platten eingefügte, speziell geformte Mikrostrukturierungen bilden eine Multiplizität von Kapillarfäden. Dadurch wird die Bildung von Tropfen und Rinnsalen vermieden.

[0059] Weiterhin Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren, insbesondere ein kontinuierliches Verfahren, zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem gasförmigen Reaktionspartner in von zwei oder mehreren Platten oder Schichten eines erfindungsgemäßen Mikroreaktors gebildeten Räumen unter Bildung eines oder mehrerer gasförmiger, flüssiger, gelöster und/oder suspendierter Reaktionsprodukte, dadurch gekennzeichnet, dass der fluide Reaktionspartner nur aufgrund des Einflusses der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften in mindestens einem im wesentlichen ununterbrochenen Kapillarfaden entlang der Oberfläche mindestens einer Platte oder Schicht fliesst und dabei mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt tritt und reagiert.

[0060] In der Regel werden die mindestens zwei Reaktanten in Gegenwart von mindestens einem Verdünnungsmittel in einem erfindungsgemäßen Mikroreaktor zur Reaktion gebracht. Bevorzugte Verdünnungsmittel sind gegebenenfalls halogenierte aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe wie zum Beispiel Hexan, Cyclohexan, Dichlormethan, Tetrachlormethan, 1,2,2-Trifluor-1,1,2-trichlorethan, Benzol, Toluol oder Chlorbenzol; oder Ether wie zum Beispiel Diethylether, tert-Butylmethylether, Dioxan oder Tetrahydrofuran; Ketone oder Amide wie zum Beispiel Aceton, Methylethylketon, Dimethylformamid oder N-Methylpyrrolidon; oder Alkohole wie zum Beispiel Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol oder Butanol; oder Acetonitril oder Wasser oder Gemische aus diesen Verdünnungsmitteln.

[0061] Beispiele für erfindungsgemäße Reaktionen sind Reduktionen von reduzierbaren chemischen Verbindungen

mit gasförmigem Wasserstoff, insbesondere katalytische Hydrierungen von organischen Nitroverbindungen.

[0062] Amine werden häufig durch Reduktion von Nitroverbindungen gewonnen. Oft ist die katalytische Hydrierung mit Wasserstoff unter Verwendung eines heterogenen Katalysators die einzig praktikable, da schonendste Methode.

[0063] Bei konventioneller Fahrweise im Schüttelreaktor, Rührkessel oder im Autoklaven treten dabei einige Probleme auf:

[0064] Aufgrund von labilen Schutzgruppen muß bei niedrigen Temperaturen gearbeitet werden, wodurch die Reaktionsdauer stark ansteigt. Zudem muß der Katalysator noch der Reaktion in einem zusätzlichen Arbeitsschritt aus der Reaktionslösung entfernt und wiederaufbereitet werden. Aufgrund der Wärmeentwicklung kann nur mit stark verdünnten Lösungen gearbeitet werden.

[0065] Die Verwendung des erfindungsgemäßen Mikroreaktors bietet folgende Vorteile:

Die Reaktionszeit wird stark herabgesetzt

35

65

- Es kann mit hochkonzentrierten Lösungen oder sogar in Substanz gearbeitet werden.
- Der Katalysator wird weder verbraucht noch muss wiedergewonnen oder aufgearbeitet werden.

[0066] Die Reaktionswärme wird sehr schnell abgeführt und es treten weniger Nebenreaktionen auf, d. h. die Selektivität wird erhöht. Das Endprodukt fällt in reinerer Form an.

[0067] Weitere Beispiele von erfindungsgemäßen Verfahren sind Halogenierungen von halogenierbaren chemischen Verbindungen mit gasförmigem Chlor oder Fluor, insbesondere die Chlorierung von aliphatischen Carbonsäuren und die Fluorierung von Aromaten.

[0068] Die Chlorierung von Essigsäure wird konventionell in Blasensäulenreaktoren durchgeführt. Dort entsteht neben dem gewünschten Produkt Monochloressigsäure über 3% Dichloressigsäure. Diese muss über aufwendige und teure Aufarbeitungsverfahren abgetrennt werden. Bei der beschriebenen Reaktion im Mikrokapillarreaktor kann der Anteil von 1,1-Dichloressigsäure auf unter 0,05% reduziert werden.

[0069] Direktfluorierungen mit elementarem Fluor sind die zur Balz Schiemann-Reaktion und zu dem Halex-Prozeß alternative Möglichkeit zur selektiven Fluorierung von Aromaten. Die Hauptprobleme stellen dabei zum einen die hohe Reaktivität elementaren Fluors, welches neben unspezifischer Substitution auch an den Aromaten addiert, zum anderen die hohe Exothermie von Umsetzungen mit elementarem Fluor dar, welches diese Reaktionen schwer kontrollierbar macht. Durch Fahrweise mit Mikrokapillarreaktoren ist eine optimale Temperaturkontrolle und damit das Erreichen einer hohen Selektivität bei minimalem Risiko möglich.

[0070] Weitere Beispiele von erfindungsgemäßen Verfahren sind Alkoxylierungen, speziell die Ethoxylierung von alkoxylierbaren chemischen Verbindungen, insbesondere die Reaktion von Carbonsäuren, Phenolen und Alkoholen mit gasförmigen Epoxiden.

[0071] Bei der Ethoxylierung von Fettalkoholen oder Fettsäuren finden verschiedene Katalysatoren Verwendung. Alkoxylierungen, z. B. die Ethoxylierung von Fettderivaten, werden mit möglichst kostengünstigen, basischen Katalysatoren (z. B. Alkalihydroxide) durchgeführt.

- 60 [0072] Die Umsetzung von Fettalkoholen, insbesondere Laurylalkohol, mit Ethylenoxid im erfindungsgemäßen Mikrokapillarreaktor erbringt neben einer extrem engen Molekulargewichtsverteilung folgende Vorteile:
  - Durch extrem dünne Fäden (20 µm) ergibt sich eine beträchtliche Verkürzung der Reaktionszeit (da diffusionskontrollierte Reaktion) sowie eine höchst exakte und schnelle Temperatursteuerung und damit stark verringerter Anteil an Nebenprodukten.
  - Einfache Einstellung verschiedener Verweil- und damit Kontaktzeiten ist mittels Kippen des kleindimensionierten Reaktors (Wählbar zwischen 1 Sekunde und 300 Sekunden) möglich
  - Es ergibt sich ein sehr geringes Risikopotential durch sehr geringe Mengen an Reagenzien im Reaktionsraum



25

35

40

45

55

[0073] Weitere Beispiele von erfindungsgemäßen Verfahren sind Oxidationen von oxidierbaren chemischen Verbindungen mit gasförmigem Sauerstoff oder Ozon, insbesondere Schmelzoxidation von Polyethylenwachsen, Reaktionen mit Phosgen sowie Umsetzungen mit Blausäure.

[0074] Um das Verständnis der vorliegenden Erfindung zu erleichtern, werden die nachfolgenden illustrativen Beispiele für mögliche Reaktionstypen dargelegt. Die vorliegende Erfindung ist nicht beschränkt auf diese spezifischen Ausführungsformen, sondern umfasst den vollen Umfang der Patentansprüche.

#### Beispiel 1

$$\begin{array}{c|c} & & & & & & & \\ & & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & & & \\ & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ & & \\ &$$

[0075] Die Reaktion wird in einem Mikroreaktor gemäß Fig. 3 durchgeführt. Es werden 9 Zwischenplatten (6) verwendet, also eine 10fach parallelisierte Anordnung. Die Bodenplatte (12), Deckelplatte (22) und Zwischenplatten (6) bestehen aus Graphit, die Fluidführungsplatte (1) besteht aus Graphit mit einer Palladiumbeschichtung.

#### Dimensionen

Fluidführungsplatte: Länge 15 cm, Breite 10 cm, Stärke 300 µm,

Kapillarrillen: Breite 200 µm, Tiefe 80 µm,

Stege: Breite 35 µm

[0076] 23,7 g (0,01 mol) 1-Ethoxalyl-2(4-nitrophenyl)-hydrazin werden in 150 ml Methanol und 50 ml Tetrahydrofuran gelöst. Wasserstoff wird mit einem Überdruck von 0,1 bar aufgegeben. Die Lösung wird bei 50°C mit einer Fließgeschwindigkeit von 5 ml/min über eine mit Palladium beschichtete Graphitplatte geleitet. Das Reaktionsprodukt wird aus der Apparatur entnommen und die Lösungsmittel evaporiert, bis gelbe Kristalle ausfallen. Diese werden mit Isopropanol und Diethylether gewaschen und im Vakuum getrocknet. Man erhält das Produkt 1-Ethoxalyl-2(4-aminophenyl)-hydrazin in quantitativer Ausbeute.

#### Beispiel 2

#### $CH_3$ -COOH + $Cl_2$ $\rightarrow$ Cl-CH<sub>2</sub>-COOH + HCl

[0077] Die Reaktion wird in einem Mikroreaktor gemäß Fig. 3 durchgeführt. Es werden 4 Zwischenplatten (6) verwendet. Die Boden-, Deckel-, und Zwischenplatten bestehen aus Graphit, die Fluidführungsplatten (1) aus Tantal.

#### Dimensioner

Fluidführungsplatte: Länge 30 cm, Breite 10 cm, Stärke 2000 µm,

Kapillarrillen: Breite 1500 μm, Tiefe 300 μm,

Stege: Breite 150 µm

[0078] Essigsäure sowie 15 mol-% Acetylchlorid werden zusammen kontinuierlich einem Mikrokapillarreaktor zugeführt. Es wird ein Durchsatz von 45 g/min Flüssigkeit eingestellt. Die Temperatur wird auf 180°C eingeregelt. Chlorgas wird bei einem Überdruck von 5 bar im Gleichstrom so durchgeleitet, das im Abgasstrom ein Anteil von 0,1% Chlor unterschritten wird. Das Abgas und das Produkt werden gemeinsam aus dem Mikrokapillarreaktor in einen Abscheidebehälter geführt, flüssige und gasförmige Phase dort getrennt. Durch die Reaktion mit Wasser werden in der flüssigen Rohsäure noch vorhandene Säurechloride und Anhydride zu den freien Säuren umgesetzt. Der entstehende Chlorwasserstoff wird abgeführt. Der Anteil Monochloressigsäure am flüssigen Reaktionsprodukt beträgt etwa 85 %. Die nicht umgesetzte Essigsäure (Anteil 11–12%) wird bei 150 mbar und 80°C abdestilliert. Der Anteil an Dichloressigsäure liegt unter 0,05%. Eine weitere Reinigung ist somit nicht nötig.

#### Beispiel 3

60 N

[0079] Die Reaktion wird in einem Mikroreaktor gemäß Fig. 2 durchgeführt, wobei allerdings keine Zwischenplatten

(6) verwendet werden. Die Boden- (12) und Deckelplatten (22) sowie die Fluidführungsplatte (1) bestehen aus einer Nikkel-Kupfer Legierung (Monell-Metall).

#### Dimensionen

Fluidführungsplatte: Länge 5 cm, Breite 7 cm, Stärke 200  $\mu$ m, Kapillarrillen: Breite 100  $\mu$ m, Tiefe 50  $\mu$ m,

Stege: Breite 40 µm

15

30

[0080] 2,5 g 4-Benzylpyridin werden in 50 ml 1,2,2-Trifluor-1,1,2-trichlorethan gelöst. Der Flüssigvolumenstrom beträgt 1 ml/min. Fluor (10% F<sub>2</sub> in N<sub>2</sub>) wird im Gegenstrom bei 2 bar Überdruck im Gegenstrom zu den Kapillarfäden geführt. Die Reaktion wird bei –25°C durchgeführt. Die organische Phase wird mit Wasser, 1 N HCl und Salzwasser gewaschen. Nach Trocknen mit Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> werden flüchtige Komponenten mittels eines Rotationsverdampfers abdestilliert. Man erhält ein gelbes Öl. Die Ausbeute an 2-Fluor-4-benzylpyridin beträgt 50%.

Beispi

$$C_nH_{\overline{2n+}}CH_{\overline{2}}OH + m \stackrel{O}{\longrightarrow} C_nH_{\overline{2n+}}CH_{\overline{2}}O+CH_{\overline{2}}CH_{\overline{2}}O \xrightarrow{}_mH$$

[0081] Die Reaktionen werden in einem Mikroreaktor gemäß Fig. 2 durchgeführt, wobei allerdings keine Zwischeno platten (6) verwendet werden. Die Boden-, Deckel-, und Fluidführungsplatte bestehen aus Stahl.

#### Dimensionen

Fluidführungsplatte: Länge 20 cm, Breite 10 cm, Stärke 300 µm,

25 Kapillarrillen: Breite 200 µm, Tiefe 70 µm,

Stege: Breite 30 µm

[0082] Laurylalkohol mit 1 Gew-% Katalysator (NaOH, gelöst im Laurylalkohol) werden kontinuierlich einem Mikrokapillarreaktor zugeführt. Es wird ein Durchsatz von 2 g/min Flüssigkeit eingestellt. Gasförmiges Ethylenoxid wird bei einem Überdruck von 1 bar im Gegenstrom durchgeleitet. Das Reaktionsprodukt wird abgenommen und der Katalysator abfiltriert.

#### Spezifikation

| 35 | Anstellwinkel zur Horizontalen:           | 90 °    | 45 °    |
|----|---|---------|---------|
|    | Temperatur:                               | 175 °C  | 155 °C  |
| 40 | Anteil der Moleküle mit 2-4 addierten EO- | > 80 %  | > 70 %  |
|    | Einheiten:                                |         |         |
|    | Gehalt an Nebenprodukten (Polydiole, 1,4  | < 0,5 % | < 0,1 % |
|    | Dioxan):                                  |         |         |
| 45 | Verweilzeit für einen Durchsatz über die  | 10 s    | 20 s    |

#### Reaktionszone des Mikrokapillarbleches

[0083] Durch die Reaktionsführung bei 45° und der damit verbundenen, längeren Verweilzeit kann ein vollständiger Umsatz auch bei tieferen Temperaturen erreicht werden. Dadurch sinkt der Gehalt an Nebenprodukten, gleichzeitig steigt die Breite der Molekulargewichtsverteilung.

#### Patentansprüche

- Mikroreaktor zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem Reaktionspartner in gasförmiger Form, gegebenenfalls in Gegenwart eines festen Katalysators, wobei die chemische Prozessführung in Räumen stattfindet, die von zwei oder mehreren im wesentlichen planparallelen Platten oder Schichten gebildet werden, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens eine dieser Platten oder Schichten eine Fluidführungsplatte (1) darstellt, die so strukturiert und/oder angeordnet ist, dass der fluide Reaktionspartner nur aufgrund des Einflusses der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften in mindestens einem im wesentlichen ununterbrochenen Kapillarfaden entlang der Oberfläche dieser Platte oder Schicht fliesst und dabei mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt tritt und reagiert.
  - 2. Mikroreaktor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Platten oder Schichten in einem von der horizontalen verschiedenen Winkel angeordnet sind.
- Mikroreaktor nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Rückwand der Fluidführungsplatte mit einem Wärmetauschermedium in Kontakt steht.
  - 4. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Fluidführungsplatte (1) eine Wandstärke von 120 μm bis 4000 μm aufweist und die Kapillarrillen, in welchen Flüssigkeitsfäden erzeugt werden,

Breiten von 20 μm sis 2000 μm und eine Tiefe von 20 μm bis 500 μm aufweisen, wobei die Stege zwischen zwei benachbarten Kapillarrillen eine Breite von 5 μm bis 250 μm aufweisen.

5. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass er mindestens drei im wesentlichen parallel angeordnete, strukturierte Platten umfasst, eine Bodenplatte (22).

eine Fluidführungsplatte (1) und eine Deckelplatte (12).

6. Modular aufgebauter Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass durch Einfügen einer beliebigen Anzahl von Zwischenplatten (6) und der gleichen Anzahl Fluidführungsplatten (1) zwischen der Bodenplatte (22) und der Deckelplatte (12) die Anzahl der Reaktionsräume im Reaktor entsprechend der Anzahl der eingefügten Zwischenplatten (6) bzw. Fluidführungsplatten (1) erhöht wird.

7. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet dass er

(a) eine oder mehrere getrennte und/oder gemeinsame Zuleitungen für den fluiden Reaktionspartner;

(b) eine oder mehrere Zu- und Ableitungen für den gasförmigen Reaktionspartner;

(c) eine oder mehrere getrennte und/oder gemeinsame Ableitungen für das gebildete Reaktionsgemisch;

15

55

(d) eine oder mehrere Zu- und Ableitungen für das Wärmetauschermedium; und

(e) gegebenenfalls Sensoren für die Kontrolle der Reaktionsbedingungen aufweist, wobei jeweils eine der Zu- und Ableitungen einer Fluidführungsplatte (1) zugeordnet ist.

8. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuleitung für den fluiden Reaktionspartner Vorrichtungen aufweist, welche eine gleichmäßige Verteilung des fluiden Reaktionspartners auf die einzelnen Kapillarrillen der Fluidführungsplatte (1) gewährleisten.

9. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass er mindestens eine Gasführungsleitung (8), über die der gasförmige Reaktionspartner in einen Gasverteilungskanal (10) fließt, wobei der Strömungsweg des Gases mit Engstellen (11) versehen ist, die von der Fluidführungsplatte (1) und einer weiteren Platte gebildet werden.

10. Mikroreaktor nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die zwischen der Deckelplatte (12) oder gegebenenfalls einer Zwischenplatte (6) und der Fluidführungsplatte (1) gebildete Reaktionskammer (5) Rampen (13) zur Verbesserung des Stoffaustausches aufweist.

11. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Fluidführungsplatte (1) auf ihrer Rückseite gekühlt bzw. beheizt wird, wobei ein flüssiges oder gasförmiges Wärmetauschermedium in Kanälen von 0,5 bis 2 mm Weite strömt.

12. Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass eine oder mehrere Fluidführungsplatten (1), die Bodenplatte (22), eine oder mehrere Zwischenplatten (6) und die Deckelplatte (12) aus Graphit, Keramik, Kunststoff und/oder Metall bestehen.

13. Mikroreaktor nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Fluidführungsplatte (1) ein katalytisch aktives Material aufweist.

14. Prozess zur Herstellung einer Fluidführungsplatte (1) für einen Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass man ein rostförmiges Element (41) auf eine unstrukturierte Platte (42) aufbringt und befestigt und gegebenenfalls ein katalytisch wirksames Material auf der rostförmigen Oberfläche aufbringt.

15. Fluidführungsplatte (1) mit einer Gesamtwandstärke von 120 µm bis 4000 µm für einen Mikroreaktor nach einem der Ansprüche 1 bis 13, im wesentlichen bestehend aus zwei planparallelen, aufeinander befestigten Elementen, dadurch gekennzeichnet dass

(a) das erste Element (41) eine Wandstärke von 20  $\mu$ m bis 500  $\mu$ m und eine rostförmige Struktur mit mehreren parallel angeordneten Stegen, die sich zwischen zwei orthogonal dazu angeordneten Stegen mit gleicher Wandstärke erstrecken, aufweist, wobei die Durchbrechungen zwischen den parallel angeordneten Stegen eine Breite von 20  $\mu$ m bis 2000  $\mu$ m und die parallel angeordneten Stege eine Breite von 5  $\mu$ m bis 250  $\mu$ m aufweisen.

(b) das zweite Element (42) eine unstrukturierte, ebene Platte von gleicher Länge und Breite wie das erste Element ist und eine Stärke von 20 μm bis 3980 μm aufweist.

16. Prozess zur Herstellung eines Mikroreaktors nach einem der Ansprüche 1 bis 13, welcher folgende Schritte umfasst:

(a) Herstellen von Platten oder Schichten, deren Oberflächen Mikro- und/oder Feinwerk-technisch so bearbeitet werden, dass sie zusammen mit der Oberfläche einer weiteren Platte oder Schicht Reaktions- und/oder Funktionsräume ausbilden;

(b) Herstellung einer oder mehrerer Fluidführungsplatten (1);

(c) Stapeln der einzelnen Platten oder Schichten in geeigneter Reihenfolge und Orientierung; und

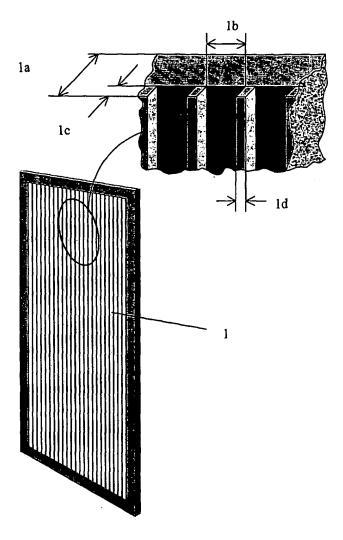
(d) dichtendes Anpressen oder festes oder wieder lösbares Verbinden der einzelnen Platten oder Schichten.

17. Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen einem Reaktionspartner in fluider Form und einem Reaktionspartner in gasförmiger Form, in von zwei oder mehreren Platten oder Schichten eines Mikroreaktors nach einem der Ansprüche 1 bis 13 gebildeten Räumen unter Bildung eines oder mehrerer gasförmiger, flüssiger, gelöster und/oder suspendierter Reaktionsprodukte, dadurch gekennzeichnet, dass der fluide Reaktionspartner kontinuierlich und nur aufgrund des Einflusses der Schwerkraft und/oder von Kapillarkräften in mindestens einem im wesentlichen ununterbrochenen Kapillarfaden entlang der Oberfläche mindestens einer Platte oder Schicht fliesst und dabei mit dem gasförmigen Reaktionspartner in Kontakt tritt und reagiert.

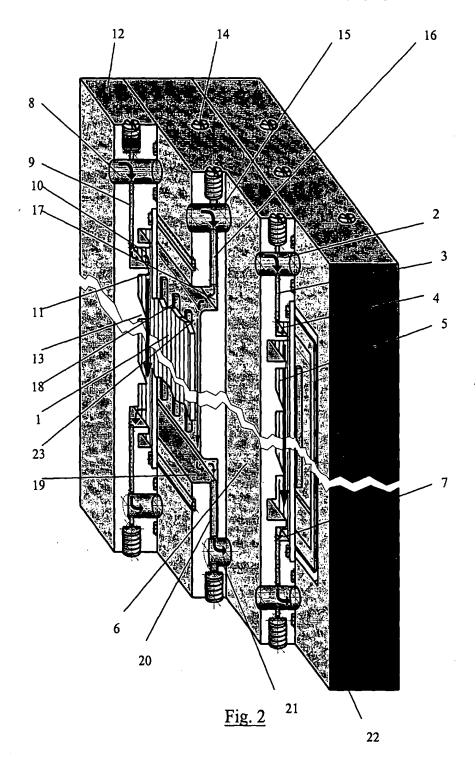
18. Verfahren nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass der gasförmige Reaktionspartner ausgewählt ist aus Wasserstoff, Fluor, Chlor, Sauerstoff und einem Alkylenoxid.

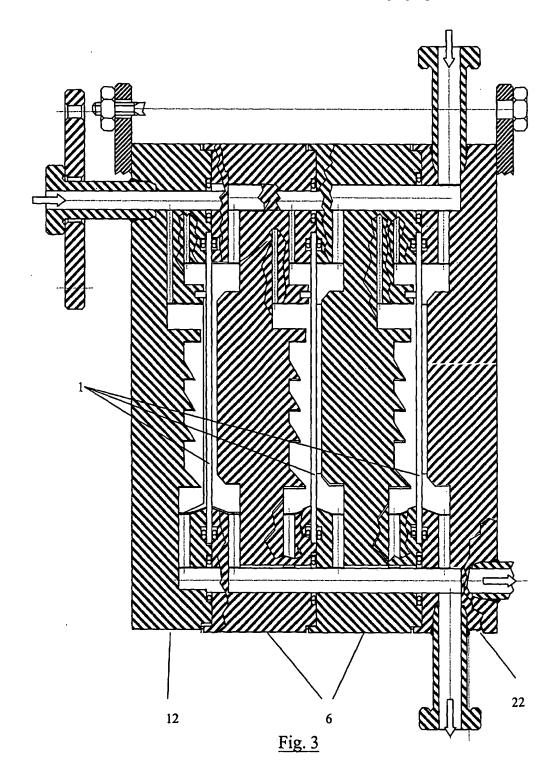
Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

9



<u>Fig. 1</u>





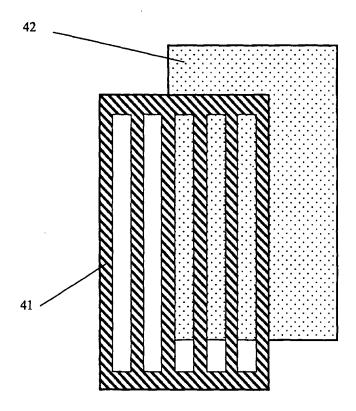


Fig. 4

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

| ☐ BLACK BORDERS                                       |
|---|
| ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES               |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING                               |
| BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING                  |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES                               |
| ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS                |
| ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS                                |
| LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT                   |
| REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY |
| Потиев.   |

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.